

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-40112

(43) 公開日 平成5年(1993)2月19日

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>

G 01 N 30/02

識別記号 厅内整理番号

B 8105-2J

F 1

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数1(全4頁)

(21) 出願番号 特願平3-18102

(22) 出願日 平成3年(1991)2月8日

(71) 出願人 000003056

トキコ株式会社

神奈川県川崎市川崎区富士見1丁目6番3号

(72) 発明者 船橋 達也

神奈川県川崎市川崎区富士見1丁目6番3号 トキコ株式会社内

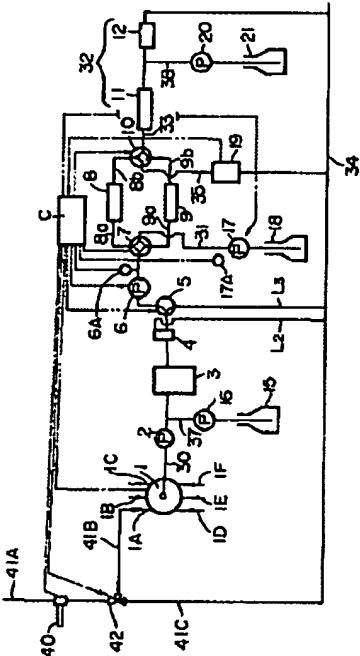
(74) 代理人 弁理士 志賀 正武 (外2名)

(54) 【発明の名称】 試料液成分分析装置

(57) 【要約】

【目的】 配管に導入される試料液の状態を監視し、成分分析の精度を低下させる成分が混入することを防止した試料液成分分析装置の提供を目的とする。

【構成】 自動流路切換弁1に試料液を供給する前の段階において、水質監視センサ40を設けて試料液の水質を監視するようにした。そして、この水質監視センサ40の出力に基づいて、試料液中に金属成分の分析に際して適さない成分が混入しているか否かを監視し、金属成分の分析に不適当な試料液であった場合に該試料液を外部の系に排出させるようにした。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 試料液の成分を分析する試料液成分分析装置であつて、分析すべき試料液を装置内に導入するための試料導入手段の上流側流路に設けられて、前記試料液の状態を監視する水質監視センサと、前記水質監視センサと前記試料導入手段との間に設けられて、前記水質監視センサを通過した試料液を、前記試料導入手段に通じる流路、あるいは該試料液を排出する流路のいずれか一方に切り換える切換弁と、前記水質監視センサにより検出された試料液の状態を示す数値データを、予め入力しておいた設定値と比較し、その比較の結果、数値データが設定値を越えた場合に、前記切換弁を、前記試料液を排出する側の流路に切り換えるための制御信号を出力する制御部が設けられていることを特徴とする試料液成分分析装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は、例えばイオン交換分離法を用いて、特に、超純水中の微量な金属成分を効率良く分析したり、試料液中に含まれる様々な成分を分析したりする試料液成分分析装置に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 図2は本発明者らが先に特願昭63-180529号で提案した金属成分分析装置である。図中符号1は自動流路切換弁であつて、この自動流路切換弁1の出口には試料液供給路30が接続されている。前記試料液供給路30には、送液ポンプ2、反応器3、オーバーフロー容器4、三方自動切替弁5、加圧ポンプ6、圧力センサ6Aが取り付けられている。そしてこの試料液供給路30は最終的に第1の四方自動切替弁7に接続されている。この第1の四方自動切替弁7には、第1の濃縮カラム8への流入路8aと第2の濃縮カラム9への流入路9aと、溶離液供給路31とが接続されている。溶離液供給路31には、加圧ポンプ17と溶離液貯留部18が設けられている。前記第1の濃縮カラム8からの流出路8bと第2の濃縮カラム9からの流出路9bは第2の四方自動切替弁10に接続されている。この第2の四方自動切替弁10には、さらに分離カラム1と吸光度計12とからなる分析手段32につながるライン33と、排水路34につながるライン35とが接続されており、ライン35には流量計19が取り付けられている。つまり、前記第1の四方自動切替弁7は試料液供給路30が流入路8a・9aに分岐される分岐部に設けられ、第2の四方自動切替弁10は流出路8b・9bがライン33に合流した合流部(分岐部)に設けられ、前記濃縮カラム8あるいは濃縮カラム9に対して、分析手段32あるいはライン35に対して選択的に試料液、溶離液を供給するものである。

## 【0003】 次に、この金属成分分析装置の詳細な構成

10

20

40

50

とその動作について説明する。前記自動流路切換弁1には、6つの試料液流入路1A～1Fが接続されている。そしてこれら試料液流入路1A～1Fの一つが試料液供給路30に選択的に接続される。試料液供給路30に流入した試料液は送液ポンプ2によって反応器3に送られる。反応器3の上流側には、塩酸等の反応液が貯留された反応液貯留部15と送液ポンプ16とを備えた反応液供給路37が接続されており、試料液中の金属をイオン化するための反応液が試料液に添加される。そして、この反応液が添加された試料液は反応器3中に混合された後、所定温度に加熱され、その結果、試料液中の金属がイオン化される。この反応器3を通過した試料液はオーバーフロー容器4に一旦貯留されるとともに、一定の貯留量を越えた試料液は符号L2で示すラインを通じて排水路34に排出される。オーバーフロー容器4を通過した試料液は三方自動切替弁5に達する。三方自動切替弁5は、試料液供給路30を流れる試料液の一部を、符号L3で示すラインを通じて排水路34に導くものである。すなわち前記自動流路切換弁1が切り換えられて別の試料液が供給された場合に、まず、ラインL3側に流路を切り換えて、自動流路切換弁1と三方自動切替弁5との間に残留していた先の試料液を完全に洗い流す。そしてこの後流路を切り換えて試料液を試料液供給路30(の加圧ポンプ6側)に向けて流す。なお、前記自動流路切換弁1による試料液流入路1A～1Fの選択、及び三方自動切替弁5の切替は制御部Cから出力される信号に基づき行われるようになっている。

【0004】 三方自動切替弁5を通過した試料液は加圧ポンプ6により加圧される。なお、この加圧ポンプ6によって試料液が所定圧以上に加圧された場合には、圧力センサ6Aから、制御部Cに対して加圧ポンプ6の動作を停止させるための検出信号を出力するようになっている。加圧ポンプ6により加圧された試料液は第1の四方自動切替弁7によって第1の濃縮カラム8あるいは第2の濃縮カラム9に供給される。この第1の四方自動切替弁7と第2の四方自動切替弁10とは、試料液供給路30から供給される試料液を濃縮カラム8あるいは9を通過せしめたあとライン35を経て排水路34に導く金属イオン濃縮工程の流路と、溶離液供給路31から供給される溶離液を濃縮カラム9あるいは8を通過せしめたあと分析手段32に導く金属イオン溶離工程の流路とを、濃縮カラム8、9に対して交互に形成するものである。この四方自動切替弁7、10の切り換えは、流量計19で測定したライン35を通過する試料液の流量値が設定の値になったときに制御部Cから発信される信号によって行なわれる。

【0005】 また、試料液が濃縮カラム8あるいは9を通過すると試料液中の金属イオンが濃縮カラム8あるいは9に吸着される(前記金属イオン濃縮工程)。この濃縮カラム8あるいは9に吸着された金属イオンは、溶離

液供給路31から供給される溶離液により濃縮カラム8, 9から溶離されて分析手段32に運ばれる(前記金属イオン溶離工程)。なお、この加圧ポンプ17によって溶離液が所定圧以上に加圧された場合には、圧力センサ17Aから制御部Cに対して加圧ポンプ17の動作を停止させるための検出信号を出力するようになっている。また、分析手段32に運ばれた金属イオンは、分離カラム11で精製されたあと発色液供給路38からの発色液により発色され、吸光光度計12で濃度測定される。なお、前記発色液は符号20で示す送液ポンプにより発色液貯留部21から発色液供給路38に供給される。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】ところで、上記のように構成された金属成分分析装置では、自動流路切換弁1を通じて導入される試料液中に、本来の測定対象となる成分以外の成分が混入していた場合、例えば径の大きい粒子、強いアルカリ性を呈する成分が含有されていた場合に、装置の配管が詰まったり、配管が腐食することがあり、これによって試料液の金属成分分析の精度が低下するという不具合があった。この発明は、上記の事情に鑑みてなされたものであって、配管に導入される試料液の状態を監視し、金属成分分析の精度を低下させる成分が混入することを防止した試料液成分分析装置の提供を目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は、試料液中に含有される金属成分をイオン化してpH調整をした後、前記金属成分をカラム精製により抽出してその濃度を測定する試料液成分分析装置において、前記試料液を装置内に導入するための試料導入手段の上流側流路に設けられて、前記試料液の状態を監視する水質監視センサと、前記水質監視センサと前記試料導入手段との間に設けられて、前記水質監視センサを通過した試料液を、前記試料導入手段に通じる流路、あるいは該試料液を排出する流路のいずれか一方に切り換える切換弁と、前記水質監視センサにより検出された試料液の状態を示す数値データを、予め入力しておいた設定値と比較し、その比較の結果、数値データが設定値を越えた場合に、前記切換弁を、前記試料液を排出する側の流路に切り換えるための制御信号を出力する制御部とを設けるようにしている。

【0008】

【作用】本発明に示す試料液成分分析装置においては、試料液導入手段に試料液を供給する前の段階において、水質監視センサにより、試料液中に金属成分の分析に際して適さない成分、例えば配管を詰まらせる成分、該配管を腐食させる成分が混入しているか否かを監視し、この水質監視センサの監視結果に基づき切換弁が操作される。すなわち、前記切換弁の操作により、金属成分の分析に不適当な試料液を該試料液を排出する側の流路に案

内して外部の系に排出させることができる。

【0009】

【実施例】以下、本発明の試料液成分分析装置の一例として挙げた金属成分分析装置の構成を図1を参照して説明する。なお、本実施例において、従来の技術で示した図2と構成を共通にする箇所に同一符号を付して説明を簡略化する。まず、図1において符号40で示すものは流路41Aの途中に設けられた水質監視センサである。この水質監視センサ40としては、例えば(1)試料液中に含有される粒子の粒径を測定するもの、(2)一定径以上の粒子が含まれる割合すなわち不純物粒子の濃度を測定するもの、(3)試料液のpHを測定するものが使用され、その検出値(粒径、濃度、pH値)が予め設定されたしきい値を越えた場合に異常とみなすようにしている。なお、このような検出値が予め設定したしきい値を越えたか否かの判断は後述する制御部Cにより行う。また、前記(2)の水質監視センサ40による濃度測定は、一定径以上の粒子の個数をカウントすることにより行われるほか、試料液の導電率に基づいても行われる。また、前記水質監視センサ40が設けられた流路41Aの末端には三方流路切換弁42が設けられ、この三方流路切換弁42から二つに分かれた流路の内、流路41Bは自動流路切換弁1の試料流入路1A～1Fの一つに接続され、また流路41Cは排水路34に接続されるようになっている。なお、本実施例では、流路41Bが接続される試料流入路を1Aとしたが、これに限定されず、1B～1Fの試料流入路であっても良い。

【0010】そして、以上のように構成された金属成分分析装置では、水質監視センサ40において検出された検出値が制御部Cに供給され、この制御部Cにおいて、前記検出値が予め設定された設定値(制御部Cに設定される)を越えた場合に、流路41Aを通じて供給された試料液が金属成分の分析に適さないものであると判断して、以下のような操作を行うようとする。すなわち、前記制御部Cは、前記検出値が予め設定された設定値を越えたと判断した場合に、流路41Aを通じて供給された試料液が金属成分の分析に適さないものであると判定して、前記三方流路切換弁42に対し、流路41Aと流路41Cとを接続する制御信号を供給して、流路41Aを通じて供給された試料液を排水路34に供給する。一方、前記制御部Cは、前記検出値が予め設定された設定値未満であると判断した場合に、流路41Aを通じて供給された試料液が金属成分の分析に適するものであると判定して、前記三方流路切換弁42に対し、流路41Aと流路41Bとを接続する制御信号を供給して、流路41Aを通じて供給された試料液を自動流路切換弁1の試料流入路1Aに供給する。

【0011】以上説明したような金属成分分析装置においては、自動流路切換弁1に試料液を供給する以前の段階において、該試料液中に金属成分の分析に際して適さ

ない成分、すなわち配管を腐食させる成分、該配管を腐食させる成分が混入している場合に、該試料液を自動流路切換弁1に送らず外部の系に排出するようにしたので、結果として装置を保護することができるとともに、金属成分分析の精度が低下することを防止できるという効果が得られる。なお、本実施例では、水質監視センサ40の後段に金属成分分析装置を設けるようにしたが、水質監視センサ40の後段に設けるものは、金属成分分析装置に限定されるものではなく、炭素量を分析する炭素量測定装置や、他の成分の含有量(濃度)を測定する装置であっても良いことは古うまでもない。

## 【0012】

【発明の効果】以上の説明から明らかなように、本発明に示す試料液成分分析装置においては、試料液導入手段に試料液を供給する前の段階において、水質監視センサにより、試料液中に金属成分の分析に際して適さない成分が混入しているか否かを監視し、この水質監視センサの監視結果に基づき切換弁を操作するようにした。すなわち、前記切換弁の操作により、金属成分の分析に不適

当な試料液を該試料液を排出する側の流路に案内して外部の系に排出させることができ、これによって装置を保護することができ。そして、このような本発明を金属成分分析装置に適用した場合には、上述したように、金属成分の分析に不適当な試料液を外部の系に排出させることができることから、金属成分分析の精度が低下することを防止できるという効果が得られるものである。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の試料液成分分析装置の一例として挙げた金属成分分析装置を示す概略構成図。

【図2】従来の金属(試料液)成分分析装置を示す概略構成図。

## 【符号の説明】

- 1 自動流路切換弁(試料導入手段)
- 40 水質監視センサ
- 41A 流路
- 41B 流路(試料液導入手段に通じる流路)
- 41C 流路(試料液を排出する流路)
- 42 三方流路切換弁(切換弁)
- 43
- 44
- 45
- 46
- 47
- 48
- 49
- 50
- 51
- 52
- 53
- 54
- 55
- 56
- 57
- 58
- 59
- 60
- 61
- 62
- 63
- 64
- 65
- 66
- 67
- 68
- 69
- 70
- 71
- 72
- 73
- 74
- 75
- 76
- 77
- 78
- 79
- 80
- 81
- 82
- 83
- 84
- 85
- 86
- 87
- 88
- 89
- 90
- 91
- 92
- 93
- 94
- 95
- 96
- 97
- 98
- 99
- 100
- 101
- 102
- 103
- 104
- 105
- 106
- 107
- 108
- 109
- 110
- 111
- 112
- 113
- 114
- 115
- 116
- 117
- 118
- 119
- 120
- 121
- 122
- 123
- 124
- 125
- 126
- 127
- 128
- 129
- 130
- 131
- 132
- 133
- 134
- 135
- 136
- 137
- 138
- 139
- 140
- 141
- 142
- 143
- 144
- 145
- 146
- 147
- 148
- 149
- 150
- 151
- 152
- 153
- 154
- 155
- 156
- 157
- 158
- 159
- 160
- 161
- 162
- 163
- 164
- 165
- 166
- 167
- 168
- 169
- 170
- 171
- 172
- 173
- 174
- 175
- 176
- 177
- 178
- 179
- 180
- 181
- 182
- 183
- 184
- 185
- 186
- 187
- 188
- 189
- 190
- 191
- 192
- 193
- 194
- 195
- 196
- 197
- 198
- 199
- 200
- 201
- 202
- 203
- 204
- 205
- 206
- 207
- 208
- 209
- 210
- 211
- 212
- 213
- 214
- 215
- 216
- 217
- 218
- 219
- 220
- 221
- 222
- 223
- 224
- 225
- 226
- 227
- 228
- 229
- 230
- 231
- 232
- 233
- 234
- 235
- 236
- 237
- 238
- 239
- 240
- 241
- 242
- 243
- 244
- 245
- 246
- 247
- 248
- 249
- 250
- 251
- 252
- 253
- 254
- 255
- 256
- 257
- 258
- 259
- 260
- 261
- 262
- 263
- 264
- 265
- 266
- 267
- 268
- 269
- 270
- 271
- 272
- 273
- 274
- 275
- 276
- 277
- 278
- 279
- 280
- 281
- 282
- 283
- 284
- 285
- 286
- 287
- 288
- 289
- 290
- 291
- 292
- 293
- 294
- 295
- 296
- 297
- 298
- 299
- 300
- 301
- 302
- 303
- 304
- 305
- 306
- 307
- 308
- 309
- 310
- 311
- 312
- 313
- 314
- 315
- 316
- 317
- 318
- 319
- 320
- 321
- 322
- 323
- 324
- 325
- 326
- 327
- 328
- 329
- 330
- 331
- 332
- 333
- 334
- 335
- 336
- 337
- 338
- 339
- 340
- 341
- 342
- 343
- 344
- 345
- 346
- 347
- 348
- 349
- 350
- 351
- 352
- 353
- 354
- 355
- 356
- 357
- 358
- 359
- 360
- 361
- 362
- 363
- 364
- 365
- 366
- 367
- 368
- 369
- 370
- 371
- 372
- 373
- 374
- 375
- 376
- 377
- 378
- 379
- 380
- 381
- 382
- 383
- 384
- 385
- 386
- 387
- 388
- 389
- 390
- 391
- 392
- 393
- 394
- 395
- 396
- 397
- 398
- 399
- 400
- 401
- 402
- 403
- 404
- 405
- 406
- 407
- 408
- 409
- 410
- 411
- 412
- 413
- 414
- 415
- 416
- 417
- 418
- 419
- 420
- 421
- 422
- 423
- 424
- 425
- 426
- 427
- 428
- 429
- 430
- 431
- 432
- 433
- 434
- 435
- 436
- 437
- 438
- 439
- 440
- 441
- 442
- 443
- 444
- 445
- 446
- 447
- 448
- 449
- 450
- 451
- 452
- 453
- 454
- 455
- 456
- 457
- 458
- 459
- 460
- 461
- 462
- 463
- 464
- 465
- 466
- 467
- 468
- 469
- 470
- 471
- 472
- 473
- 474
- 475
- 476
- 477
- 478
- 479
- 480
- 481
- 482
- 483
- 484
- 485
- 486
- 487
- 488
- 489
- 490
- 491
- 492
- 493
- 494
- 495
- 496
- 497
- 498
- 499
- 500
- 501
- 502
- 503
- 504
- 505
- 506
- 507
- 508
- 509
- 510
- 511
- 512
- 513
- 514
- 515
- 516
- 517
- 518
- 519
- 520
- 521
- 522
- 523
- 524
- 525
- 526
- 527
- 528
- 529
- 530
- 531
- 532
- 533
- 534
- 535
- 536
- 537
- 538
- 539
- 540
- 541
- 542
- 543
- 544
- 545
- 546
- 547
- 548
- 549
- 550
- 551
- 552
- 553
- 554
- 555
- 556
- 557
- 558
- 559
- 560
- 561
- 562
- 563
- 564
- 565
- 566
- 567
- 568
- 569
- 570
- 571
- 572
- 573
- 574
- 575
- 576
- 577
- 578
- 579
- 580
- 581
- 582
- 583
- 584
- 585
- 586
- 587
- 588
- 589
- 590
- 591
- 592
- 593
- 594
- 595
- 596
- 597
- 598
- 599
- 600
- 601
- 602
- 603
- 604
- 605
- 606
- 607
- 608
- 609
- 610
- 611
- 612
- 613
- 614
- 615
- 616
- 617
- 618
- 619
- 620
- 621
- 622
- 623
- 624
- 625
- 626
- 627
- 628
- 629
- 630
- 631
- 632
- 633
- 634
- 635
- 636
- 637
- 638
- 639
- 640
- 641
- 642
- 643
- 644
- 645
- 646
- 647
- 648
- 649
- 650
- 651
- 652
- 653
- 654
- 655
- 656
- 657
- 658
- 659
- 660
- 661
- 662
- 663
- 664
- 665
- 666
- 667
- 668
- 669
- 670
- 671
- 672
- 673
- 674
- 675
- 676
- 677
- 678
- 679
- 680
- 681
- 682
- 683
- 684
- 685
- 686
- 687
- 688
- 689
- 690
- 691
- 692
- 693
- 694
- 695
- 696
- 697
- 698
- 699
- 700
- 701
- 702
- 703
- 704
- 705
- 706
- 707
- 708
- 709
- 710
- 711
- 712
- 713
- 714
- 715
- 716
- 717
- 718
- 719
- 720
- 721
- 722
- 723
- 724
- 725
- 726
- 727
- 728
- 729
- 730
- 731
- 732
- 733
- 734
- 735
- 736
- 737
- 738
- 739
- 740
- 741
- 742
- 743
- 744
- 745
- 746
- 747
- 748
- 749
- 750
- 751
- 752
- 753
- 754
- 755
- 756
- 757
- 758
- 759
- 760
- 761
- 762
- 763
- 764
- 765
- 766
- 767
- 768
- 769
- 770
- 771
- 772
- 773
- 774
- 775
- 776
- 777
- 778
- 779
- 780
- 781
- 782
- 783
- 784
- 785
- 786
- 787
- 788
- 789
- 790
- 791
- 792
- 793
- 794
- 795
- 796
- 797
- 798
- 799
- 800
- 801
- 802
- 803
- 804
- 805
- 806
- 807
- 808
- 809
- 810
- 811
- 812
- 813
- 814
- 815
- 816
- 817
- 818
- 819
- 820
- 821
- 822
- 823
- 824
- 825
- 826
- 827
- 828
- 829
- 830
- 831
- 832
- 833
- 834
- 835
- 836
- 837
- 838
- 839
- 840
- 841
- 842
- 843
- 844
- 845
- 846
- 847
- 848
- 849
- 850
- 851
- 852
- 853
- 854
- 855
- 856
- 857
- 858
- 859
- 860
- 861
- 862
- 863
- 864
- 865
- 866
- 867
- 868
- 869
- 870
- 871
- 872
- 873
- 874
- 875
- 876
- 877
- 878
- 879
- 880
- 881
- 882
- 883
- 884
- 885
- 886
- 887
- 888
- 889
- 890
- 891
- 892
- 893
- 894
- 895
- 896
- 897
- 898
- 899
- 900
- 901
- 902
- 903
- 904
- 905
- 906
- 907
- 908
- 909
- 910
- 911
- 912
- 913
- 914
- 915
- 916
- 917
- 918
- 919
- 920
- 921
- 922
- 923
- 924
- 925
- 926
- 927
- 928
- 929
- 930
- 931
- 932
- 933
- 934
- 935
- 936
- 937
- 938
- 939
- 940
- 941
- 942
- 943
- 944
- 945
- 946
- 947
- 948
- 949
- 950
- 951
- 952
- 953
- 954
- 955
- 956
- 957
- 958
- 959
- 960
- 961
- 962
- 963
- 964
- 965
- 966
- 967
- 968
- 969
- 970
- 971
- 972
- 973
- 974
- 975
- 976
- 977
- 978
- 979
- 980
- 981
- 982
- 983
- 984
- 985
- 986
- 987
- 988
- 989
- 990
- 991
- 992
- 993
- 994
- 995
- 996
- 997
- 998
- 999
- 1000

【図1】

